

⑤1

Int. Cl.:

C 08 c

Enclosure

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



⑤2

Deutsche Kl.: 39 b2 - 11/04

⑩

⑪

⑫

⑬

⑭

Auslegeschrift 1 292 374

Aktenzeichen: P 12 92 374.9-44 (W 23237)

Anmeldetag: 29. April 1958

Auslegetag: 10. April 1969

Ausstellungspriorität: —

⑮

Unionspriorität

⑯

Datum: —

⑰

Land: —

⑱

Aktenzeichen: —

⑲

Bezeichnung: Pulverförmiger Kautschukfüllstoff

⑳

Zusatz zu: —

㉑

Ausscheidung aus: —

㉒

Anmelder: Wyandotte Chemicals Corp., Wyandotte, Mich. (V. St. A.)

Vertreter: Beil, Dr. W.; Hoeppener, A.; Rechtsanwälte,
6230 Frankfurt-Höchst

㉓

Als Erfinder benannt: Liggett, Lawrence M., St. Marys, Pa. (V. St. A.)

㉔

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

FR-PS 1 047 087

Chemical Abstracts, 1958,

US-PS 2 083 998

S. 9643; 1959, S. 755

US-PS 2 709 160

DT 1 292 374

⊕ 3. 69 909 515/1637

1

Calciumcarbonat hat viele erwünschte Eigenschaften, die es als Verstärkungspigment für natürliche und synthetische Kautschuke wertvoll machen, insbesondere in feinverteiltem Zustand der Größenordnung von 0,1 Mikron oder kleiner. Calciumcarbonat feiner Teilchengröße verstärkt den Kautschuk, in den es eingearbeitet wird und bewirkt eine hohe Zugfestigkeit der Kautschukvulkanisate. Eine andere wertvolle Eigenschaft des Calciumcarbonats ist die, daß es den Synthesekautschukmischungen gute Klebrigkeits-
eigenschaften verleiht.

Trotz der vielen guten Eigenschaften hat Calciumcarbonat gewisse ernsthafte Nachteile, die seine Verwendung in der Kautschukindustrie begrenzen. Calciumcarbonat von ultrafeiner Teilchengröße bildet harte Agglomerate, die sich nur sehr schwer in die Kautschukmasse einarbeiten und dispergieren lassen. Wenn Calciumcarbonat von einer derartigen feinen Teilchengröße auf einem Kautschukwalzwerk, das mit zwei mit unterschiedlicher Geschwindigkeit betriebenen Walzen arbeitet, in den Kautschuk eingearbeitet wird, bildet das Calciumcarbonatpigment auf der hinteren Walze einen harten Kuchen, der durch Abkratzen abgelöst werden muß, und die erhaltenen agglomerierten Teilchen werden in dem Kautschuk nur spärlich dispergiert. Diese Schwierigkeiten können teilweise beseitigt werden, wenn man Grundmischungen bildet; dies erfordert jedoch längere Verfahrenszeiten und beschränkt die Verwendung von Calciumcarbonat in der Kautschukindustrie.

Ein weiterer Nachteil von Calciumcarbonat besteht darin, daß die 300%- und 500%-Modulwerte unter denen liegen, wie sie bei vielen Anwendungszwecken verlangt werden. Noch ein anderer Nachteil liegt darin, daß die Calciumcarbonat enthaltenden Kautschuksorten bei natürlichem Kautschuk zwar gute Werte hinsichtlich der Zerreiß- und Zugfestigkeit haben, die optimalen Werte dieser Eigenschaften aber bei äußerst unterschiedlichen Pigmentmengen erhalten werden und es daher nicht möglich ist, im gleichen Kautschuk optimale Reiß- und Zugfestigkeitswerte zu erhalten. Außerdem werden sowohl die optimalen Reiß- als auch die Zugfestigkeitswerte bei Pigmentmengen erzielt, die außerhalb des Pigmentmengenbereiches liegen, wie er in der Kautschuktechnik üblicherweise verwendet wird. Während Calciumcarbonat in natürlichem und synthetischem Kautschuk innerhalb eines weiten Pigmentmengenbereiches verwendet werden kann, kann es in Butylkautschuk nur in relativ kleinen Mengen verwendet werden, es sei denn, man wendet Mittel an, die das Verkleben herabsetzen. Werden große Mengen Calciumcarbonat, d.h. etwa 100 Teile Pigment pro 100 Teile Butylkautschuk, verwendet, so sind die erhaltenen Massen so klebrig, daß sie auf üblichen Anlagen zur Kautschukverarbeitung nicht verarbeitet werden können. Offensichtlich beschränkt diese Eigenschaft die Verwendungsfähigkeit von Calciumcarbonat als Pigment bei dieser Art von Polymerisaten.

Viele der vorstehend genannten Nachteile des Calciumcarbonats können dadurch beseitigt werden, daß man die Oberfläche des Calciumcarbonats mit höheren Aminen, z.B. einem primären n-Alkylamin, mit 10 bis 18 Kohlenstoffatomen oder einem Harzamin überzieht. Derartige mit einem Amin überzogene Calciumcarbonate können leicht verarbeitet und in Kautschukmassen eingearbeitet werden und verleihen denselben hohe Modulwerte. Bedauerlicher-

weise haben jedoch Kautschukmassen, die solche mit Amin überzogene Calciumcarbonate enthalten, die Neigung, bei verhältnismäßig niederen Behandlungstemperaturen vorzeitig zu vulkanisieren, eine Eigenschaft, die in der Kautschukindustrie als »scorching« bekannt ist. Diese nachteilige Eigenschaft macht eine schärfere und sorgfältigere Kontrolle der Verarbeitungstemperaturen notwendig, als sie normalerweise in der Kautschukindustrie angewendet werden. Dies hat die Verwendung solcher mit Aminen überzogenen Calciumcarbonatpigmente beschränkt.

Aus der japanischen Patentschrift 1139/1958 ist bekannt, Triäthanolaminmonoabietat zur Behandlung von Calciumcarbonat zu verwenden. Nach der japanischen Patentschrift 1139 macht das Gewicht an Triäthanolaminmonoabietat mehr als 3,5% des Calciumcarbonatgewichts aus, so daß mit großer Wahrscheinlichkeit auch hierbei die oben geschilderten Nachteile auftreten.

Erfindungsgemäß wird demgegenüber das vorzeitige Anvulkanisieren oder überzogenes Calciumcarbonat enthaltenden Kautschukmischungen vermieden.

Gegenstand der Erfindung sind verbesserte pulverförmige Kautschukfüllstoffe aus Calciumcarbonat mit einem Überzug aus einem höheren Amin und einer Fettsäure mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen, die dadurch gekennzeichnet sind, daß das Amin ein Amin auf der Basis von natürlichen Harzsäuren mit 18 bis 20 Kohlenstoffatomen ist, die Menge des Überzugs 2 bis 3,5% des Gewichtes des Calciumcarbonats beträgt und das Molverhältnis der Fettsäure zum Amin zwischen 1:1 und 5:1 liegt.

Die erfindungsgemäß zu verwendenden Amine sind insbesondere aus Abietin- oder Pimarsäure nach dem Verfahren der USA.-Patentschrift 2 491 913 hergestellt worden, indem zuerst die Harzsäuren durch Umsetzung mit Ammoniak in die Amide und Nitrile umgewandelt und anschließend hydriert worden sind.

Die neuen überzogenen Calciumcarbonatpigmente haben ausgezeichnete Verarbeitungseigenschaften und lassen sich leicht in Kautschukmischungen einarbeiten, ohne daß die Schwierigkeiten auftreten, die normalerweise mit nicht behandelten Calciumcarbonatpigmenten von derartig feiner Teilchengröße verbunden sind. Außer den verbesserten Verarbeitungseigenschaften verleihen die mit Oberflächenüberzüge versehenen Calciumcarbonatpigmente den Kautschukmischungen verbesserte physikalische Eigenschaften. Ihre optimalen Verstärkungseigenschaften liegen in dem Mengenbereich der Füllstoffe, wie sie bei der Kautschukherstellung weitgehend verwendet werden. Eine äußerst wertvolle und völlig unerwartete Eigenschaft der erfindungsgemäß mit Oberflächenüberzug versehenen Calciumcarbonatpigmente liegt darin, daß sie in großen Mengen in Butylkautschuke eingearbeitet werden können, wogegen nicht überzogenes Calciumcarbonat sowie die meisten anderen anorganischen Pigmente nicht in größeren Mengen als etwa 50 Teilen verwendet werden können, es sei denn, daß besondere Mittel zur Herabsetzung der Verklebung angewendet werden.

Als Fettsäuren mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen sind insbesondere Linolin-, Myristin-, Olein- und Stearinsäure verwendbar.

Mit Überzugsmengen von weniger als 1% werden die maximalen Verbesserungen der Eigenschaften nicht erzielt. Mengen von über 5% können verwendet werden und verbessern die Verarbeitungseigenschaften

des Pigments weiter. Jedoch ist eine derartige Verbesserung von einem gleichzeitig auftretenden Nachlassen der physikalischen Eigenschaften der Kautschuke begleitet. Die optimalen Eigenschaften werden innerhalb des Bereichs von 2 bis 3,5 % des Behandlungsmittels erreicht.

Außer der Gesamtmenge an Behandlungsmittel, das auf das Calciumcarbonat aufgebracht wird, muß auch das Molverhältnis des höherenamins zur Fettsäure beachtet werden. Optimale Ergebnisse werden jedoch gewöhnlich bei einem Molverhältnis von etwa 3:1 von Fettsäure zum Amin erzielt. Es liegt natürlich auf der Hand, daß das optimale Verhältnis von dem jeweiligen Amin und der jeweils verwendeten Fettsäure abhängt.

Die neuen, mit Oberflächenüberzügen versehenen Calciumcarbonatpigmente können auf zahlreiche Arten hergestellt werden. So kann das Amin der Abietin- oder Pimarsäure mit dem Calciumcarbonatpigment gemischt und die Masse dann in einer Hammermühle oder einer Kugelmühle mit der Fettsäure gemahlen werden. Das Calciumcarbonat kann auch zuerst mit dem Amin und dann mit der Fettsäure in der Hammermühle verarbeitet werden; es kann jedoch auch die umgekehrte Reihenfolge eingehalten werden. Das Calciumcarbonatpigment kann auch mit dem Amin in einer wäßrigen Aufschlämmung behandelt und das erhaltene mit Amin behandelte Calciumcarbonat dann mit der Fettsäure in der Hammermühle gemahlen werden. Da jedoch die verbesserten Eigenschaften der mit Überzügen versehenen Pigmente weitgehend davon abhängen, daß auf dem Pigment ein gleichförmiger Überzug erzeugt

wird, ist es vorzuziehen, das Calciumcarbonat in einer wäßrigen Aufschlämmung, die eine Emulsion sowohl desamins der Abietin- oder Pimarsäure als auch der Fettsäure enthält, in einem Überzug zu versehen.

In den nachstehenden Beispielen werden zwei verschiedene Pigmente verwendet, die wie folgt hergestellt worden sind:

a) 16 g Dehydroabietylamin und 48 g Stearinsäure wurden zusammengeschmolzen und zu 1200 ccm siedendem Wasser gegeben, das als Emulgiermittel 18,7 g Triäthanolamin enthielt. Die Emulsion wurde dann bei 57°C unter Rühren zu einer wäßrigen 3300 g Calciumcarbonat enthaltenden Aufschlämmung gegeben. Das erhaltene Produkt enthielt 2 % des Behandlungsmittels.

b) Die Oberfläche eines Calciumcarbonatpigments wurde in gleicher Weise mit 1 Teil Dehydroabietylamin und 3 Teilen Laurinsäure überzogen.

Beispiel 1

Das nach a) hergestellte Pigment wurde in folgende Naturkautschukmischung eingearbeitet:

Bestandteile	Teile
Smoked Sheets	100
Zinkoxyd	5
Stearinsäure	3
Schwefel	1
Dibenzothiacyldisulfid	1
CaCO ₃ -Pigment	100

Die Mischung wurde 15 Minuten bei 127°C vulkanisiert. Es wurden die folgenden physikalischen Eigenschaften erhalten:

Pigment	Physikalische Eigenschaften:			
	300 %-Modul (kg/cm ²)	500 %-Modul (kg/cm ²)	Zugfestigkeit (kg/cm ²)	Reißfestigkeit (kg/cm ²)
Nicht überzogene Kontrollprobe	42,19	112	168	62,15
Produkt nach Beispiel 1	49,21	127	182	74,97

Die Verbesserungen der Eigenschaften des überzogenen Pigments gehen aus den vorstehenden Daten hervor. Vergleichbare Resultate werden erhalten, wenn das Dehydroabietylamin durch das Amin der Abietinsäure ersetzt wird.

Beispiel 2

Das nach Methode b) erhaltene Pigment wurde in folgende Kautschukmischung eingearbeitet:

Bestandteile	Teile
Butadien-Styrol-Kautschuk	100
Zinkoxyd	5
Schwefel	2,5
Cumarharz	20
n-Cyclohexylbenthiazylsulfenamid ...	1,5
Tetramethylthiuramdisulfid	0,5
Stearinsäure	1,5
CaCO ₃ -Pigment	150

Das Pigment mit überzogener Oberfläche hatte im Vergleich zu einer nicht überzogenen Kontroll-

probe überlegene Verfahrenseigenschaften. Das Überziehen der Oberfläche verbesserte auch die Vulkanisationseigenschaften für Kautschuk, da ein 500 %-Modulwert von 81 kg/cm² erzielt wurde.

Die erfindungsgemäßen Calciumcarbonatpigmente mit überzogener Oberfläche weisen auch einen wesentlich kleineren Anteil an zusammengebackenen Teilchen (Siebrückständen) als nicht überzogene Calciumcarbonate von der gleichen Teilchengröße auf.

Patentanspruch:

Pulverförmiger Kautschukfüllstoff aus Calciumcarbonat mit einem Überzug aus einem höheren Amin und einer Fettsäure mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen, dadurch gekennzeichnet, daß das Amin ein Amin auf der Basis von natürlichen Harzsäuren mit 18 bis 20 Kohlenstoffatomen ist, die Menge des Überzugs 2 bis 3,5 % des Gewichts des Calciumcarbonats beträgt und das Molverhältnis der Fettsäure zum Amin zwischen 1:1 und 5:1 liegt.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Machine translation of DE1292374

India rubber filler in powder form

Publication number: DE1292374

Publication date: 1969-04-10

Inventor: M LIGGETT LAWRENCE

Applicant: WYANDOTTE CHEMICALS CORP

Classification:

- internationally: *C08K3 / 26; C08K9 / 04; C08K3 / 00; C08K9 / 00;*

- european: C08K3 / 26; C08K9 / 04

Application number: DE1958W023237 19580429

Priority number (s): DE1958W023237 19580429

Abstract available for DE1292374

Description of DE1292374

Calciumcarbonat has many erwünschteEigenschaften which make it as a strengthening pigment for natural and synthetic India rubbers valuable, in particular in fine-distributed state of the scale of 0.1 microns or smaller. Calciumcarbonat of fine particle size strengthens the India rubber in which it is trained and caused a high tensile strength of the Kautschukvulkanisate. Another valuable quality of the Calciumcarbonats is that that it lends good stickiness qualities to the synthesis India rubber mixtures.

In spite of many good qualities Calciumcarbonat has the certain seriously disadvantages which limit his use in the India rubber industry.

Calciumcarbonat of ultrafine particle size forms hard Agglomerate which get used to the work only very hard in the India rubber mass and leave dispergieren.

If Calciumcarbonat is trained by a such fine particle size on an India rubber rolling mill which works with two rollers pursued at different speed in the India rubber, the Calciumcarbonatpigment on the rear roller forms a hard cake which must be removed by scraping off, and the preserved agglomerated particles become in the India rubber only meagerly dispergiert. These difficulties can be partially removed if one forms basic mixtures; nevertheless, this requires longer procedure times and limits the use of

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Calciumcarbonat in the India rubber industry.

Another disadvantage of Calciumcarbonat consists in the fact that die 30001r and 5000/0-module values lie under those how they are required with many application purposes. Still another disadvantage lies in the fact that, indeed, the Calciumcarbonat to containing India rubber kinds have good values concerning the tear and tensile strength with natural India rubber, the optimum values of these qualities, however, with extremely different pigment amounts are received and, hence, it is not possible to receive optimum tearing and tensile strength values in the same India rubber. In addition the optimum tear as well as die Zugfestigkeitswerte are achieved with pigment amounts which lie beyond the pigment amounts area how he is usually used in the India rubber technology. While Calciumcarbonat can be used in natural and synthetic India rubber within a wide pigment amounts area, it can be used in Butylkautschuk only in relatively tiny amounts, unless, one applies means which lower sticking together. If large amounts Calciumcarbonat, i.e. about 100 parts pigment per 100 parts Butylkautschuk, are used, the preserved masses are so viscous that they cannot be processed on üblichen Anlagen zur India rubber processing. Obviously this quality limits the use ability of Calciumcarbonat as a pigment with this kind of Polymerisaten.

Many of the protrudingly called disadvantages of the Calciumcarbonats can be removed by the fact that one covers the surface of the Calciumcarbonats with higher amine, e.g., to a primary n-Alkylamin, with from 10 to 18 carbon atoms or a resinous amine. Something similar with an amine coated Calciumcarbonate can be easily processed and be trained in India rubber masses and lend to the same high module values. Nevertheless, regrettably, have India rubber masses which contain such Calciumcarbonate coated with amine to vulcanize prematurely the inclination, at relatively low temperatures of treatment, a quality which is known in the India rubber industry als scorching. This disadvantageous quality makes a more sharp and sorgfältigere Kontrolle der Verarbeitungstemperaturen necessary when they are ordinarily applied in the India rubber industry. This has limited the use such Calciumcarbonatpigmente coated with amine.

From the Japanese patent writing in 1139/1958 is known to use Triäthanolaminmonoabietat to the treatment of Calciumcarbonat. After the Japanese patent writing 1139 the weight puts out in Triäthanolaminmonoabietat more than 3, 5 Q/o of the Calciumcarbonatgewichts, so that with big likelihood also, on this occasion, the disadvantages described on top appear.

Erfindungsgemäss is avoided on the other hand the untimely Anvulkanisieren or coated Calciumcarbonat to containing India rubber mixtures.

The object of the invention are improved pulverförmige Kautsehlüllstoffe from Calciumcarbonat with a cover from a higher amine and a fatty acid with from 10 to 20 carbon atoms which are marked by the fact that the amine is an amine on the base of natural resinic acids with from 18 to 20 carbon atoms, amounts to the amount of the cover 2 bis 3,50/, the weight of the Calciumcarbonats and the Molverhältnis of the fatty acid lies to the amine between 1:1 and 5:1.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

The amine erfindungsgemäss to be used has been produced in particular from Abietin-or Pimarsäure after the procedure derUSA. - patent writing 2 491 913, while first the resinic acids have converted by conversion with ammonia in the Amide and Nitrile and have been hydrogenated afterwards.

The new coated Calciumcarbonatpigmente have excellent processing qualities and easily can be trained in India rubber mixtures, without the difficulties appear which are ordinarily connected with nichtbehandelten Calciumcarbonatpigmenten by so fine particle size.

Except the improved processing qualities the Calciumcarbonatpigmente provided with surface covers lend improved physical properties to the India rubber mixtures. Their optimum strengthening qualities lie in the amount area of the fillers how they are used beider Kautschuk-herstellung to a great extent. An extremely valuable and absolutely unexpected quality the erfindungsgemäss mit-surface cover provided Calciumcarbonatpigmente lies in the fact that they can be trained to ingrossen amounts in Butylkautschuke against which coated Calciumcarbonat as well as most other inorganic pigments not cannot be used in larger quantities than about 50 parts, unless special means are applied for the lowering of the Verklebung.

As fatty acids with from 10 to 20 carbon atoms are usable in particular Linolin-, Myristin-, Olein- and Stearinsäure.

With cover amounts from less than 10% to the maximum improvements of the qualities are not achieved. Amounts from über 50% can be used and improve the processing qualities of the pigment further. However, a such improvement is accompanied by an at the same time appearing reduction of the physical properties of the India rubbers. The optimum qualities are reached within the area of from 2 to 3.50% of the Behandlungsmittels.

Except the total quantity in the means of treatment which is raised on the Calciumcarbonat the Molverhältnis of the higher amine must be also considered to the fatty acid. Nevertheless, optimum results are normally achieved with a Molverhältnis of about 3:1 by fatty acid to the amine. It is obvious of course that the optimum relation depends on the respective amine and the in each case used fatty acid.

The new Calciumcarbonatpigmente provided with surface covers can be produced in numerous kinds. Thus the amine Abietin-or Pimarsäure can be mixed with the Calciumcarbonatpigment and become ground the mass then in a hammer mill or a ball mill with the fatty acid. The Calciumcarbonat can be also processed first with the amine and then with the fatty acid in the hammer mill; nevertheless, the reverse order can be also kept. The Calciumcarbonatpigment can be also treated with the amine in a watery clogging and become ground the preserved Calciumcarbonat treated with amine then with the fatty acid in the hammer mill. Because, nevertheless, the improved qualities of the pigments provided with covers depend to a great extent on the fact that on the pigment a uniform cover is generated, it is to be preferred to provide the Calciumcarbonat

THIS PAGE BLANK (USPTO)

in a watery clogging which contains an emulsion the amine Abietin-or Pimarsäure as well as the fatty acid, in a cover.

In the following examples two different pigments which have been produced as follows are used: a) 16 gs Dehydroabietylamin and 48 gs Stearinsäure were melted down and given zu 1200 cubic centimetre of boiling water which contained 18.7 gs Triäthanolamin as an Emulgiermittel. The emulsion wurde dann with 57 C under stirring to watery 3300 gs Calciumcarbonat containing clogging given. The preserved product enthielt 20 / o of the Behandlungsmittels. b) the surface of a Calciumcarbonatpigments was covered in the same way with 1 part Dehydroabietylamin and 3 to parts Laurinsäure.

Example 1

After a) made pigment was trained in the following physical India rubber mixture:

Components parts

Smoked Sheets 100

Zinc oxide 5

Stearinsäure 3

Sulphur 1

Dibenzothiacyldisulfid 1 CaCO₃ pigment 100

The mixture was vulcanized 15 minutes with 127 C. The following physical properties were received:

EMI2.1

<tb> <SEP> physical <SEP> qualities:

<tb> <SEP> pigment <SEP> 300 % module <SEP> 500 % module <SEP> tensile strength <SEP> resistance to tearing

<tb> <SEP> (kg / cm²) <SEP> (kg / cm²) <SEP> (kg / cm²) <SEP> (kg / cm²)

<tb> Not <SEP> coated <SEP> controlling test <SEP> <SEP> 42.19 <SEP> 112 <SEP> 168 <SEP> 62.15

<tb> product <SEP> to <SEP> example <SEP> 1 <SEP> <SEP> 49.21 <SEP> 127 <SEP> 182 <SEP> 74.97

<tb>

The improvements of the qualities of the coated pigment arise from the preceding data. Comparable results will receive if the Dehydroabietylamin is substituted with the amine of the Abietinsäure.

Example 2

After method b) preserved pigment was trained in the following India rubber mixture:

Components parts

Butadien styrene India rubber 100

Zinc oxide 5

Sulphur 2.5

Cumarharz 20 n-Cyclohexylbenthiazylsulfenamid . . . 1.5

Tetramethylthiuramdisulfid 0.5

Stearinsäure 1.5 CaCO₃ pigment 150

THIS PAGE BLANK (USPTO)

The pigment with coated surface had überlegene procedure qualities in comparison to a not coated controlling test. DasÜber move to the surface also improved the Vulkanisateigenschaften for India rubber, because 500 % Mondays dulwert from 81 kg / cm² was achieved.

Erfindungsgemässen Calciumcarbonatpigmente with coated surface coated Calciumcarbonate of the same particle size also show a substantially smaller interest in zusammengebackenen particles (sieve remains) than not.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

Claims of **DE1292374**

Patent claim:

India rubber filler in powder form from calcium carbonat with a cover from a higher one To Amin and a fatty acid with from 10 to 20 coal stoffatomen, thereby marked that the amine is an amine on the base from natür to lichen resinic acids with from 18 to 20 carbons atomen which amounts to amount of the cover from 2 to 3.5% of the weight of the Calciumcarbonats and the Molverhältnis of the fatty acid lies to the amine between 1:1 and 5:1.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

L1 ANSWER 1 OF 1 WPIDS COPYRIGHT 2006 THE THOMSON CORP on STN
 AN 1968-24116Q [00] WPIDS
 TI Coatings for powdered calcium carbonate fillers for.
 DC A00
 PA (WYAN) WYANDOTTE CHEM CORP
 CYC 1
 PI DE 1292374 B (196800)* .<--
 PRAI DE 1958-W203237 19580429
 AB DE 1292374 B UPAB: 19930831
 Powdered filler (I) for rubber comprises CaCO₃ with a coating
 made from a higher amine (II) and a 10-20C fatty acid (III).
 (II) is based on natural 18-20C resin acids, especially abietic
 or pimmaric. (III) is pref. linolenic-, myristicoleic- or stearic
 acid. The coating amts. to 2-3.5% the weight of the CaCO₃ and the
 mol. ratio (III):(II) = 1:1-5:1.
 The usual disadvantages of pigmenting rubber withCaCO₃ i.e.
 agglomeration of the fine particles on mixing in, also subsequent
 caking on mixing on rollers, is eliminated on using the above
 coating mixture, which has excellent properties in rubber, into
 which it can be easily incorporated large amts. can be
 incorporated in butyl rubber.
 FS CPI
 FA AB
 MC CPI: A08-M03; A08-R

THIS PAGE BLANK (USPTO)

L2 ANSWER 1 OF 2 CA COPYRIGHT 2006 ACS on STN
 AN 70:116094 CA
 TI Powdered calcium carbonate rubber filler coated with the reaction product
 of stearic acid and dehydroabietylamine
 IN Liggett, Lawrence M.
 PA Wyandotte Chemicals Corp.
 SO Ger., 3 pp.
 CODEN: GWXXAW
 DT Patent
 LA German
 FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	DE 1292374		19690410	DE 1958-W23237	19580429 <--
AB	<p>CaCO₃ is coated with 2-3.5% weight of a 1:1-1:5 mixture of a higher amine, derived from a C18-20 natural resin acid, and a fatty acid and is used as a filler for rubbers. Thus, 16 g. dehydroabietylamine (I) and 48 g. stearic acid (II) were melted together and added to 1.2 l. boiling water to which 18.7 g. triethanolamine had been added as an emulsifier. The emulsion was then added at 57° to an aqueous slurry containing 3300 g. CaCO₃. The modified CaCO₃ (III) contained 2% of the treating agent. A composition was prepared from natural rubber 100, ZnO 5, II 3, S 1, dibenzothiazolyl disulfide 1, and III 100 parts, and vulcanized 15 min. at 127°, giving a product with 300% modulus 49.21 kg./cm.², 500% modulus 127 kg./cm.², tensile strength 182 kg./cm.², and tear strength 74.97 kg./cm.², compared to 42.19, 112, 168, 62.15 kg./cm.², resp., for a control vulcanizate containing untreated CaCO₃. The strength properties of styrene-butadiene rubber were also improved by the addition of CaCO₃ coated with the reaction product of I and lauric acid.</p>				

THIS PAGE BLANK (USPTO)